#### RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

(1) N° de publication : (A n'utiliser que pour les commandes de reproduction). 2 344 613

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

A1

# DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

Vente des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention - 75732 PARIS CEDEX 15

Mandataire: Cabinet Regimbeau, Corre, Paillet, Martin et Schrimpf.

72

(73)

Invention de:

Titulaire : Idem (71)

tions de revêtement pour câbles. La composition est tamisée après l'opération de mélange pour élimination de toute matière non mélangée. Si on utilise un agent de réticulation, il est ajouté à la composition dans une deuxième étape de mélange (effectuée aussi de manière classique dans un mélangeur Banbury, bien qu'un cisaillement intense ne soit pas nécessaire) après que les autres ingrédients ont été mélangés, parce que la haute température produite lors du mélange initial d'ingrédients tels que des charges en particules avec le polyéthylène entraînerait un durcissement prématuré si l'agent de réticulation était alors présent. Finalement, la composition complètement mélangée est pastillée et on la fait arriver à une boudineuse comportant une pompe du type à vis qui refoule la composition à température élevée à travers une filière entourant un câble qui avance, de manière que la composition revête la surface du câble ; dans les cas où on utilise un agent de réticulation, le revêtement est ensuite durci par passage du fil revêtu à travers une chambre de durcissement telle qu'un tube à vapeur d'eau.

L'étape consistant à prémélanger complètement la composition de revêtement entière dans un mélangeur Banbury avant que la composition ne soit introduite dans la boudineuse contribue dans une mesure importante, et indésirable, au coût total de production des revêtements pour câbles à base de polyéthylène, en raison de l'investissement important que représente un tel équipement de mélange et de ses frais opératoires élevés. La nécessité de mélanger d'une manière très homogène la composition de revêtement et la difficulté de mélanger la matière additive avec le polyéthylène dans la pratique classique, toutefois, ont rendu nécessaire jusqu'à présent l'utilisation de cette étape de mélange ; par exemple, la vis de pompage d'une boudineuse (qui est prévue pour refouler plutôt que pour mélanger) n'est pas capable de mélanger suffisamment une composition classique à base de polyéthylène pour revêtement de câbles. Ainsi, dans la pratique courante, un fabricant de câbles revêtus doit acheter ou louer des mélangeurs Banbury à grande capacité ou alors acheter la composition de revêtement prémélangée dont il a besoin à un fournisseur effectuant le mélange ; dans ce dernier cas, tout le polyéthylène utilisé dans la composition doit être envoyé d'abord par un producteur de polyéthylène au fournis-

5

10

15

20

25

30

cher qu'une quantité équivalente de polyéthylène.

Il y a lieu de comprendre que tous les rapports et pourcentages et toutes les proportions ci-après sont en poids, à moins d'indication expresse contraire.

Dans un sens large, donc, l'invention concerne un procédé pour préparer un mélange de polyéthylène et de matière additive comprenant les étapes qui consistent à mélanger la matière additive avec un véhicule comprenant un caoutchouc éthylène-propylène de manière à produire un mélange maître homogène et à mélanger ensuite le mélange maître avec au moins une proportion majeure de polyéthylène à inclure dans le mélange final, les étapes de mélange initial et de mélange final étant conduites toutes deux à des températures élevées auxquelles les matières polymères présentes (caoutchouc éthylène-propylène et polyéthylène) sont "fluides", c'està-dire amorphes et pouvant s'écouler sous l'action des forces exercées par l'équipement de mélange utilisé, de manière à permettre qu'on obtienne l'homogénéité de mélange dans le produit. L'étape de mélange initial est conduite avantageusement dans un mélangeur Banbury ou un appareil du même genre de manière à assurer l'homogénéité du mélange maître, tandis que l'étape de mélange final peut être réalisée par une vis de boudineuse, c'est-à-dire au début d'une opération d'extrusion. Dans ce sens large, l'invention est applicable à la production d'une grande variété d'articles à base de polyéthylène, comme des tubes extrudés ou moulés par injection, des joints, etc., aussi bien qu'à des revêtements de câbles, fournissant généralement l'avantage d'éviter l'utilisation d'un équipement de mélange robuste tel qu'un mélangeur Banbury pour mélanger la majeure partie du polyéthylène avec la matière additive utilisée. Les étapes ci-dessus de mélange initial et de mélange final peuvent ainsi être combinées avec une étape supplémentaire de mise à une forme désirée de la composition mélangée, et l'étape de mélange final peut être effectuée au début de cette dernière, c'està-dire tandis que le mélange maître et le polyéthylène sont conduits dans un état fluide à une filière ou à un moule pour l'étape de mise à la forme voulue.

L'invention est applicable d'une manière générale à l'incorporation, dans le polyéthylène, de matières additives d'une manière générale, comprenant tant des liquides que des matières soli-

BNSDOCID: <FR\_\_\_\_2344613A1\_I\_>

5

10

15

20

25

30

caoutchouc éthylène-propylène présent dans le mélange maître consistant à améliorer la viscosité, et donc à améliorer les caractéristiques de cisaillement, de la matière polymère servant de véhicule (qui est principalement du polyéthylène) dans le mélange de mélange maître et de polyéthylène, quand le véhicule du mélange maître et le polyéthylène sont fluides. Pour que l'on obtienne ces résultats, c'est-à-dire pour permettre un mélange sufisamment homogène du mélange maître et du polyéthylène avec une vis de boudineuse ordinaire ou un dispositif du même genre, l'ordre spécifié des étapes est d'une importance critique; en d'autres termes, il est essentiel que la charge et/ou les autres matières additives soient incorporées dans un mélange maître homogène avec le véhicule du mélange maître comprenant du caoutchouc éthylène-propylène avant leur introduction dans la majeure partie du polyéthylène.

Telle qu'elle est utilisée ici, l'expression "caoutchouc éthylène-propylène" (EPR) englobe tant les copolymères éthylène-propylène que les terpolymères d'éthylène et de propylène avec un diène, de tels terpolymères étant couramment connus sous la désignation EPDM. Pour les buts de la présente invention, le cacoutchouc éthylène-propylène utilisé doit avoir les caractéristiques de dispersion (propriétés de cisaillement) requises et doit être miscible avec le polyéthylène. En particulier, on a trouvé que les caoutchoucs éthylène-propylène ayant une teneur en éthylène supérieure à 50 % en poids possèdent cette combinaison de propriétés et sont utilisables pour la mise en oeuvre de la présente invention. Ces caoutchoucs éthylène-propylène ont aussi des propriétés électriques satisfaisantes pour inclusion dans des revêtements isolants pour câbles.

La matière additive incorporée dans le mélange maître peut comprendre des matières solides en particules comme du noir de carbone ou d'autres charges qui doivent être dispersées dans le polyéthylène, et/ou d'autres ingrédients, par exemple des anti-oxydants et des agents de traitement, des colorants et des agents de réticulation. De préférence, le véhicule du mélange maître est un mélange d'un caoutchouc éthylène-propylène et de polyéthylène. Le rapport de la matière additive au caoutchouc éthylène-propylène dans le mélange maître peut être aussi élevé que de 5:1 et, pour des raisons d'économie, est avantageusement d'au moins environ 2:1.

10

15

20

25

chouc éthylène-propylène n'entraîne pas un durcissement prématuré parce que cet agent se mélange relativement facilement avec le véhicule, de sorte que l'action de mélange nécessaire n'élève pas la température des matières jusqu'à l'intervalle de durcissement; toutefois, on a trouvé que l'agent de réticulation doit être mélangé avec un mélange maître ou un véhicule EPR avant l'arrivée à une vis de boudineuse parce que l'agent de réticulation non mélangé a tendance à lubrifier les surfaces de la vis et à gêner ainsi une action appropriée de pompage de la vis.

L'invention peut aussi être appliquée à des procédés de fabrication de produits à base de polyéthylène (par exemple des revêtements de câbles) qui ne sont pas réticulés ; pour une telle opération, l'agent de réticulation est simplement omis.

pour revenir plus particulièrement au revêtement de câbles, un avantage supplémentaire de l'invention est qu'un fabricant de câbles revêtus qui n'a pas d'installations spéciales de mélange peut acheter le mélange maître dont il a besoin à un fournisseur effectuant le mélange, et acheter la majeure partie du polyéthylène qu'il utilise directement à un producteur de polyéthylène pour mélange avec le mélange maître dans son équipement de boudinage existant, évitant ainsi les frais de transport qui résultaient jusqu'à présent de l'expédition de la majeure partie du polyéthylène d'abord au fournisseur effectuant le mélange et ensuite au fabricant de câbles, à savoir quand (comme c'est couramment le cas) le producteur de polyéthylène, le fournisseur effectuant le mélange et le fabricant de câbles se trouvent à des distances notables les uns des autres.

Selon un autre aspect, l'invention concerne des compositions de mélange maître comprenant, en mélange homogène, du noir de carbone et un véhicule polymère comprenant un caoutchouc éthylène-propylène, où le rapport du noir de carbone au caoutchouc éthylène-propylène est d'au moins 2:1 environ (ou plus élevé, par exemple même aussi élevé que d'environ 5:1), en parties en poids. Des caoutchoucs éthylène-propylène ayant une teneur en éthylène d'au moins environ 50 % en poids sont utilisables dans les compositions selon l'invention. Le véhicule peut, par exemple, être constitué essentiellement d'une proportion majeure de l'EPR et d'une proportion mineure de polyéthylène. De telles compositions ont une

10

15

20

25

30

dans l'étape de mélange initial. Ainsi qu'il est classique dans de tels revêtements isolants, un intervalle approprié de grosseurs de particules pour le noir de carbone est celui de 201 à 500 nanomètres.

Le caoutchouc éthylène-propylène utilisé dans l'étape de mélange initial est un EPR ayant une teneur en éthylène de plus de 50 %; des exemples couramment disponibles dans le commerce de telles matières EPR sont des copolymères et des terpolymères avec un diène (EPDM) ayant une teneur en éthylène supérieure à 70 % environ. Pour réduire au minimum la consommation d'EPR ainsi que pour réduire au minimum la quantité de matière passant à travers le mélangeur Banbury, la quantité d'EPR introduite dans le mélangeur dans l'étape initiale de mélange est de préférence inférieure à la quantité de matière additive (y compris la charge) présente. Un intervalle actuellement préféré de rapports de la matière additive à l'EPR est compris entre 2:1 environ et 5:1 environ ou, d'une manière plus large, entre 1:1 environ et 5:1 environ.

Le polyéthylène ajouté dans la première étape de mélange constitue une partie du véhicule polymère du concentré ainsi produit, c'est-à-dire en même temps que le EPR. De préférence, de nouveau pour réduire au minimum la quantité de matière passant au mélangeur Banbury, la quantité de polyéthylène présente dans cette première étape de mélange est inférieure à la quantité d'EPR présente; par exemple, le rapport du polyéthylène au EPR dans cette étape peut être compris entre 4:5 environ et 1:5 environ ou peut même être au-dessous. En fait, le polyéthylène peut être omis complètement de cette étape, bien qu'il soit habituellement avantageux pour contribuer à faciliter l'opération de mélange. En tout cas, la quantité de polyéthylène présente est généralement une petite fraction (typiquement moins de un sixième, et fréquemment beaucoup moins) du polyéthylène total à inclure dans la composition de revêtement finale.

Après que les ingrédients ci-dessus, comprenant le polyéthylène, l'EPR, la charge de noir de carbone et la matière additive supplémentaire ont été introduits dans le mélangeur Banbury, on fait fonctionner le mélangeur de manière classique (avec chauffage de la matière contenue de manière que le EPR et le polyéthylène deviennent fluides) pour effectuer un mélange uniforme de ces

5

10

15

20

25

30

neuse pour revêtement de câbles généralement classique représentée schématiquement en 10 sur la figure 1 et comportant une vis classique 12 d'alimentation ou de pompage. Pour le chargement de la boudineuse, la quantité de polyéthylène vierge introduite est choisie (par rapport à la quantité de mélange maître introduite) de manière à fournir la proportion requise de polyéthylène dans la composition de revêtement finale. Bien qu'il y ait ordinairement un peu de polyéthylène déjà présent dans le mélange maître, la plus forte proportion, et de beaucoup (typiquement sensiblement plus de 80 %) de la teneur totale en polyéthylène de la composition finale est introduite sous la forme de polyéthylène vierge directement dans la boudineuse; et en fait la proportion majeure de la charge de la boudineuse est constituée de pastilles de polyéthylène non-mélangé vierge.

Commodément, les pastilles de polyéthylène et les pastilles de mélange maître sont mélangées ensemble assez uniformément avant leur introduction dans la boudineuse et elles sont amenées à la vis de la boudineuse en lots successifs de pastilles mélangées entre elles. On doit prendre certaines précautions en introduisant les pastilles dans la boudineuse pour empêcher la séparation des pastilles (et une hétérogénéité résultante du revêtement produit) parce que la densité des pastilles de mélange maître est supérieure à celle des pastilles de polyéthylène ; l'introduction successive ou par portions décrite ci-dessus de quantités de pastilles entremêlées évite une séparation ou une ségrégation indésirable des pastilles dans la charge.

Dans la boudineuse, les pastilles sont chauffées à une température à laquelle le véhicule du mélange maître et le polyéthylène vierge deviennent fluides (cette température étant, toutefois, plus basse que la température de durcissement) et elles sont soumises à l'action de travail mécanique de la vis de pompage, associée au fonctionnement ordinaire, classique de la boudineuse. Cette chaleur et ce travail effectuent un mélange homogène du mélange maître et du polyéthylène vierge pour fournir une dispersion ou incorporation uniforme de la matière additive dans le support polymère. La vis refoule la composition mélangée, qui constitue alors la composition de revêtement finale, à travers un orifice classique de filière (non représenté) de manière qu'elle entoure un câble con-

manière classique à partir de compositions de revêtement qui sont complètement mélangées dans un mélangeur Banbury avant d'être introduites dans une boudineuse ; pourtant, contrairement à la pratique classique, moins de la moitié de la matière du revêtement final passe à travers un mélangeur Banbury, la proportion majeure de la composition de revêtement étant introduite sous la forme de pastilles de polyéthylène vierge directement dans la boudineuse, sans aucun mélange préalable.

On comprendra que dans le procédé décrit ci-dessus, le caoutchouc éthylène-propylène joue essentiellement un rôle d'agent de traitement, pour permettre un mélange homogène (de la charge et de la matière additive supplémentaire avec la majeure partie du polyéthylène) par la vis de la boudineuse. Dans la composition finale, le EPR est présent seulement comme constituant très mineur (typiquement un sixième ou moins) du véhicule polymère, qui est principalement du polyéthylène. C'est-à-dire que la présente invention utilise une petite quantité d'un EPR comme agent de traitement dans un concentré ou un mélange maître de matière additive pour réaliser des économies importantes dans les coûts de traitement totaux en effectuant une réduction de plus de 50 % (ou même de plus de 60 %) dans la quantité de matière qui doit être mélangée dans un mélangeur banbury pour produire une quantité donnée de revêtement pour câbles.

A titre d'illustration seulement, le tableau suivant indique des exemples de proportions relatives d'ingrédients pour deux compositions (A et B) préparées conformément à la présente invention en utilisant le procédé illustré par la figure 2 :

		Pourcentage approximatif en poids		
30		Mélange maître	Charge de la boudineuse	Composition finale
	Composition A			
	EPR	27,6	-	12,0
	Polyéthylène	20,7	_	65,5
35	Noir de carbone	46,0	-	20,0
	Anti-oxydant	1,1	-	0,5
	Agent de réticulation	4,6	-	2,0
	Mélange maître	_	43,5	_
	Polyéthylène vierge	_	56,5	

:

5

10

15

20

ment comprenant aussi un peu de polyéthylène) de nouveau par mélange dans un mélangeur Banbury, mais dans des conditions qui n'élèvent pas la température de la matière que l'on mélange jusque dans l'intervalle de durcissement. Après que ces deux mélanges maîtres ont été mélangés séparément, ils sont pastillés individuellement pour introduction dans la boudineuse 10 dans des proportions relatives appropriées en même temps qu'une proportion majeure de pastilles de polyéthylène vierge, pour mélange par la vis de la boudineuse. Comme dans le cas du procédé de la figure 1, les pastilles des deux mélanges maîtres et du polyéthylène vierge sont introduites concurramment dans la boudineuse en lots entremêlés.

Un avantage du mode de mise en oeuvre de la figure 2 est qu'il permet encore une réduction supplémentaire de la quantité de matière devant être manipulée par un mélangeur Banbury pour la production d'une quantité donnée de composition finale de revêtement, dans les cas où on utilise un agent de réticulation. Sur la figure 1, la quasi-totalité du mélange maître est passée deux fois à travers un mélangeur Banbury, d'abord pour former le concentré de base et ensuite pour ajouter l'agent de réticulation. Sur la figure 2, toutefois, le concentré principal est introduit dans un mélangeur Banbury seulement une fois et la quantité du deuxième mélange maître, mélangé séparément (contenant l'agent de réticulation final) incorporée dans une quantité donnée de composition finale de revêtement est petite par rapport à la quantité du premier mélange maître ou mélange maître principal ainsi incorporée.

Comme on peut le comprendre par considération de la figure 2, le présent procédé fournit au fabricant de câbles revêtus une plus grande flexibilité dans le choix des proportions relatives des ingrédients pour des revêtements particuliers. Simplement en réglant les proportions de pastilles des deux mélanges maîtres et de polyéthylène à introduire dans la charge de la boudineuse, on peut faire varier à volonté des facteurs tels que la teneur en charge. Par exemple, pour produire un revêtement non réticulé, l'étape de préparation du deuxième mélange maître (représentée à la droite de la figure 2) est simplement omise ; dans ce cas, la charge de la boudineuse comprend des pastilles du mélange maître principal et des pastilles de polyéthylène vierge entremêlées. Par

10

15

20

25

30

Parmi les avantages de l'utilisation d'un caoutchouc éthylène-propylène du type décrit ci-dessus comme agent de traitement pour faciliter le mélange de la matière additive dans le polyéthylène, se trouvent sa compatibilité avec le polyéthylène aux températures de mélange et le fait qu'il est durcissable par le même agent de réticulation (peroxyde de dicumyle) qu'utilisé pour le polyéthylène.

Les proportions des autres ingrédients (par exemple antioxydants et agents de réticulation) utilisés peuvent être choisies conformément à la pratique classique, c'est-à-dire que ces proportions peuvent être les mêmes que dans des compositions à base de polyéthylène classiques pour revêtement de câbles.

Bien que l'invention ait été décrite à propos de procédés de production de revêtements isolants à charge de noir de carbone pour câbles, il y a lieu de comprendre que dans ses aspects plus larges le présent procédé peut être utilisé aussi pour produire des revêtements comprenant d'autres charges (par exemple de l'argile) ou ne comprenant pas de charge et des revêtements dans lesquels le véhicule polymère n'est pas réticulé, ainsi que des revêtements semi-conducteurs, par exemple contenant un noir de carbone conducteur, et des produits à base de polyéthylène autres que des revêtements pour câbles, comme des produits extrudés et moulés par injection qui sont formés dans un matériel de formage comprenant une vis de boudineuse ou l'équivalent pour effectuer l'étape de mélange final. C'est-à-dire que l'invention est applicable d'une façon générale aux procédés d'incorporation de matières additives en général dans des compositions à base de polyéthylène, quelles que soient la nature particulière de la matière additive ou l'utilisation finale particulière envisagée pour la composition.

Les exmples non limitatifs suivants illustrent la production de revêtements isolants pour câbles selon la présente invention.

## EXEMPLE 1

On utilise les ingrédients suivants pour préparer une série de compositions de revêtement isolantes pour câbles (nom du producteur indiqué entre parenthèses) :

caoutchouc éthylène-propylène : Nordel 2722 (DuPont), un terpolymère éthylène-propylène-diène (EPDM) ayant une teneur en éthylène comprise entre 70 % environ et 75 % environ ;

5

10

15

20

25

30

Ces mélanges maîtres finaux sont solidifiés et pastillés et les pastilles résultantes sont mélangées avec des pastilles de polyéthylène vierge et amenées à la vis d'une boudineuse classique pour revêtement de câbles de manière à produire une série de huit compositions de revêtement finales, à savoir :

	Mél	ange maître	Polyéthylène	
Composition	N°	Parties en poids	Туре	Parties en poids
A۲	1	522	LDPE 400	678
в×	2	55 <b>4</b>	. 11	646
с	3	522	n	678
D	4	554	, u	646
E	1	522	EVA 401	678
F	2	554	n	646
G	3	<b>522</b> -	n	678
· H	4	554	n	646

Dans chaque cas, les pastilles sont introduites dans la boudineuse en lots successifs de pastilles mélangées, chaque lot étant d'un volume d'environ 28,3 cm³, à travers un dispositif de mélange de pastilles monté juste au-dessus de la boudineuse de manière que les pastilles mélangées ne se séparent pas durant leur transport vers la boudineuse. Les pastilles deviennent fluides par chauffage dans la boudineuse, sont mélangées par l'action de la vis de la boudineuse et les compositions mélangées résultantes sont extrudées sur un fil conducteur en cuivre recuit plein N° 6 pour former des revêtements isolants de 1,14 mm d'épaisseur. On trouve que tous les revêtements ainsi produits sont d'une homogénéité satisfaisante. Après durcissement (par passage du fil revêtu dans un tube à vapeur d'eau), les revêtements ont les propriétés suivantes :

30

20

Identification des ingrédients						
Mélange maître N°	Polyéthylène	Agent de traitement				
5,6,7 et 8 9,10,11 et 12	Nordel 2722 Vistalon 707	LDPE 400 EVA 401	Silane A-172			
1 Un copolymère éthylène-propylène produit par Exxon Chemical Company et ayant une teneur en éthylène comprise entre 70 et 75 % environ.						

10

5

2 (mélange sec à 75 %), une dispersion de cyanurate de triallyle sur microsel.

# Autres additifs.

15

20

	Mélange maître (parties en poids)			
	5 & 9	6 & 10	7 & 11	8 & 12
Noir de carbone Thermax N990	306	565,3	547,6	386,9
KE Clay Burges	306	_	<b>!</b> -	306
Oxyde de zinc M.B. 3	153	-	153	-
Minium de plomb M.B. 4	153	153	_	-

2 5

Un mélange maître comprenant 75 % d'oxyde de zinc dans du caoutchouc styrène-butadiène.

Les huit autres mélanges maîtres (numéros 13 à 20) diffèrent des numéros 5 à 12 en ce qu'ils ont les particularités suivantes :

2 5		
	•	C

Identification des ingrédients					
	Mélange EPR maître N°		Polyéthylène	Agent de traitement	
	13,14,15 et 16 17,18,19 et 20	Nordel 2722 Vistalon 707	EVA 401 LDPE 400	Silane A-172	

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Un mélange maître comprenant 90 % de minium de plomb dans EPR

### REVENDICATIONS

- 1. Procédé de préparation d'une composition de revêtement contenant une proportion majeure de polyéthylène et une proportion mineure de matière additive, selon lequel on mêle et on mélange ensemble une certaine quantité de mélange maître avec une quantité au moins à peu près égale de pllyéthylène, caractérisé en ce que le mélange maître est un mélange homogène formé à l'avance constitué essentiellement de la matière additive et d'un véhicule constitué essentiellement de polyéthylène et d'un caoutchouc éthylène-propylène ayant une teneur en éthylène de plus d'environ 50 % en poids, la proportion de polyéthylène dans le véhicule étant comprise entre 0 et moins d'environ la moitié de ce véhicule, et le rapport de la matière additive au caoutchouc éthylène-propylène dans le mélange maître étant comprisentre l:l environ et 5:l environ en poids.
- 2. Un procédé selon la revendication l, caractérisé en ce que la matière additive comprend un agent de réticulation efficace pour durcir le polyéthylène et le caoutchouc éthylène-propylène.
- 3. Un procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'agent de réticulation est présent dans une proportion de pas plus d'environ 5 % du poids de la quantité de mélange maître.
- 4. Un procédé selon la revendication l, caractérisé en ce qu'une quantité du goncentré d'un agent de réticulation qui est efficace pour durcir le polyéthylène et le caoutchouc éthylène-propylène est mêlée et mélangée avec ladite quantité de mélange maître et la quantité de polyéthylène mentionnée en premier lieu.
- 5. Un procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la matière additive contient, au moins en proportion majeure, une matière solide en particules inertes envers le polyéthylène.
- 6. Un procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la matière solide en particules est constituée essentiellement de noir de carbone.
- 7. Un procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que des pastilles solides de polyéthylène et des pastilles solides du mélange maître sont mêlées ensemble et ces pastilles sont chauffées à une température à laquelle elles deviennent fluides et sont mélangées ensemble.

5

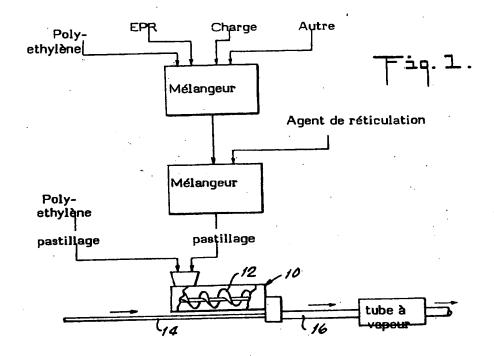
10

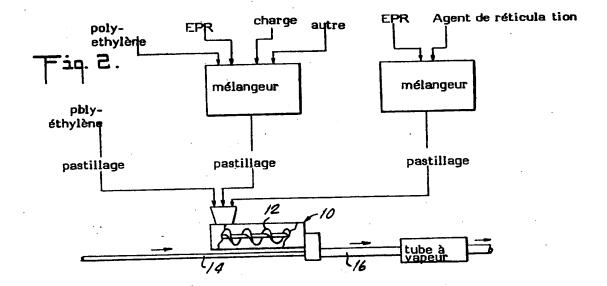
15

20

25

30





DOCID: <FR\_\_\_\_2344613A1\_I\_>